



MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

N°

886.08

Classif. Internat.: C10L

Mis en lecture le: 07-05-1981

Le Ministre des Affaires Économiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;

Vu le procès-verbal dressé le 7 novembre 1978 à 15 h. 35
au Service de la Propriété industrielle;

ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite : LABOFINA S.A.,
rue de la Loi, 33, 1040 Bruxelles,

repr. par Mr. J.C. Detrait, c/o Labofina S.A. 98/100,
chaussée de Vilvorde, 1120, Bruxelles,

un brevet d'invention pour : Compositions à base de carburant pour
moteur diesel et procédé pour les préparer,

qu'elle déclare avoir fait l'objet de demandes de brevet
déposées au Grand-Duché de Luxembourg le 22 novembre 1979,
n° 81.921 et le 27 juin 1980, n° 82.566

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et
périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit
de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui
de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 7 mai

1981

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :

Le Directeur

L. SALPETEUR

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY

000001

MEMOIRE DESCRIPTIF

déposé à l'appui d'une

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

formée par

la Société dite : LABOFINA S.A.

pour

COMPOSITIONS A BASE DE CARBURANT POUR MOTEUR DIESEL ET PROCEDE POUR LES PREPARER

Inventeur : Monsieur André Lepain.

(Priorités de brevets déposés au Grand-Duché de Luxembourg le 22 novembre 1979
sous le n° 81921 et le 27 juin 1980 sous le n° 82566).

La présente invention se rapporte à de nouvelles compositions à base de carburant pour moteur Diesel. En particulier, la présente invention se rapporte à des émulsions du type eau dans l'huile comprenant, en plus du carburant usuel, un alcool, de l'eau et un agent émulsifiant.

Depuis plusieurs années, de nombreuses recherches ont été effectuées

AK

en vue de réduire l'consommation de pétrole par utilisation de combustibles de remplacement. Ces recherches ont tout d'abord été dirigées sur les moteurs à essence, ou moteurs à allumage par bougie, pour trouver des nouveaux types de carburants. Elles ont montré que la solution la plus acceptable actuellement était des mélanges d'alcool et d'essence, puisque le méthanol ou l'éthanol sont miscibles avec l'essence dans certaines proportions, et que l'indice d'octane de ces alcools est relativement élevé, environ 87 à 90. Cependant, l'incorporation d'alcool dans les carburants alimentant les moteurs Diesel présente de nombreux problèmes. En effet, il est bien connu que les carburants pour moteurs Diesel doivent avoir un indice de cétane, c'est-à-dire leur aptitude à l'autoinflammation, d'au moins 26, pour permettre un bon fonctionnement du moteur Diesel. Or, l'indice de cétane du méthanol est de 3 et celui de l'éthanol de 8, alors que celui d'un carburant usuel pour moteur Diesel, notamment du gas-oil ou du fuel oil léger, varie généralement entre 34 et 55, ce qui ne laisse qu'une faible marge pour préparer des mélanges carburant-alcool ayant un indice de cétane valable. De plus, le méthanol ou l'éthanol est essentiellement non miscible avec le carburant, ce qui exclut la possibilité de préparer à l'avance des mélanges carburant-alcool. La seule solution qui a été suggérée jusqu'à présent consiste en un système bimodal d'alimentation du moteur, ce qui exige des modifications d'ordre mécanique. Ces modifications présentent cependant divers inconvénients non négligeables, comme par exemple la nécessité de prévoir deux réservoirs distincts, un double circuit d'alimentation, un système de dosage du méthanol.

La présente invention a pour but d'éviter ces inconvénients. Elle a pour objet de nouvelles compositions combustibles pour moteur Diesel à base de gas-oil ou de fuel oil léger, d'alcool, d'eau et d'un mélange émulateur, ces compositions se présentant sous la forme d'une émulsion stable du type eau dans l'huile.

A cet effet, les compositions combustibles de la présente invention à base de carburant pour moteurs Diesel et consistant en une émulsion du type eau dans l'huile, sont caractérisées en ce qu'elles comprennent, en volume, de 97 à 90 %

★

d'un mélange d'une majeure partie de carburant usuel, choisi dans le groupe comprenant le gas-oil et le fuel oil léger, avec une quantité non supérieure d'une solution aqueuse d'alcool, choisi dans le groupe comprenant l'alcool méthylique, l'alcool éthylique et leurs mélanges, et réciproquement 3 à 10 % d'émulgateur consistant en un mélange de monooléate de sorbitan et d'émulsifiant non ionique éthoxylé soluble dans l'eau.

D'après un mode d'exécution de l'invention où le carburant est du gas-oil, la composition de l'invention comprend de 55 à 92 % en volume de gas-oil, de 5 à 35 % en volume de solution aqueuse d'alcool, le pourcentage en volume d'eau dans cette solution étant compris entre $43 + 0,20 S$ et 74, où S est le pourcentage en volume d'alcool éthylique calculé sur le volume total d'alcool, et 3 à 10 % en volume de l'émulgateur ci-dessus.

D'après un autre mode d'exécution avec utilisation de fuel oil léger comme carburant, la composition de l'invention comprend de 45 à 92 % en volume de fuel oil léger, de 5 à 45 % en volume de solution aqueuse d'alcool, le pourcentage en volume d'eau dans cette solution étant compris entre $45,7 + 0,229 S$ et 74,3, où S a la signification ci-dessus, et 3 à 10 % en volume de l'émulgateur.

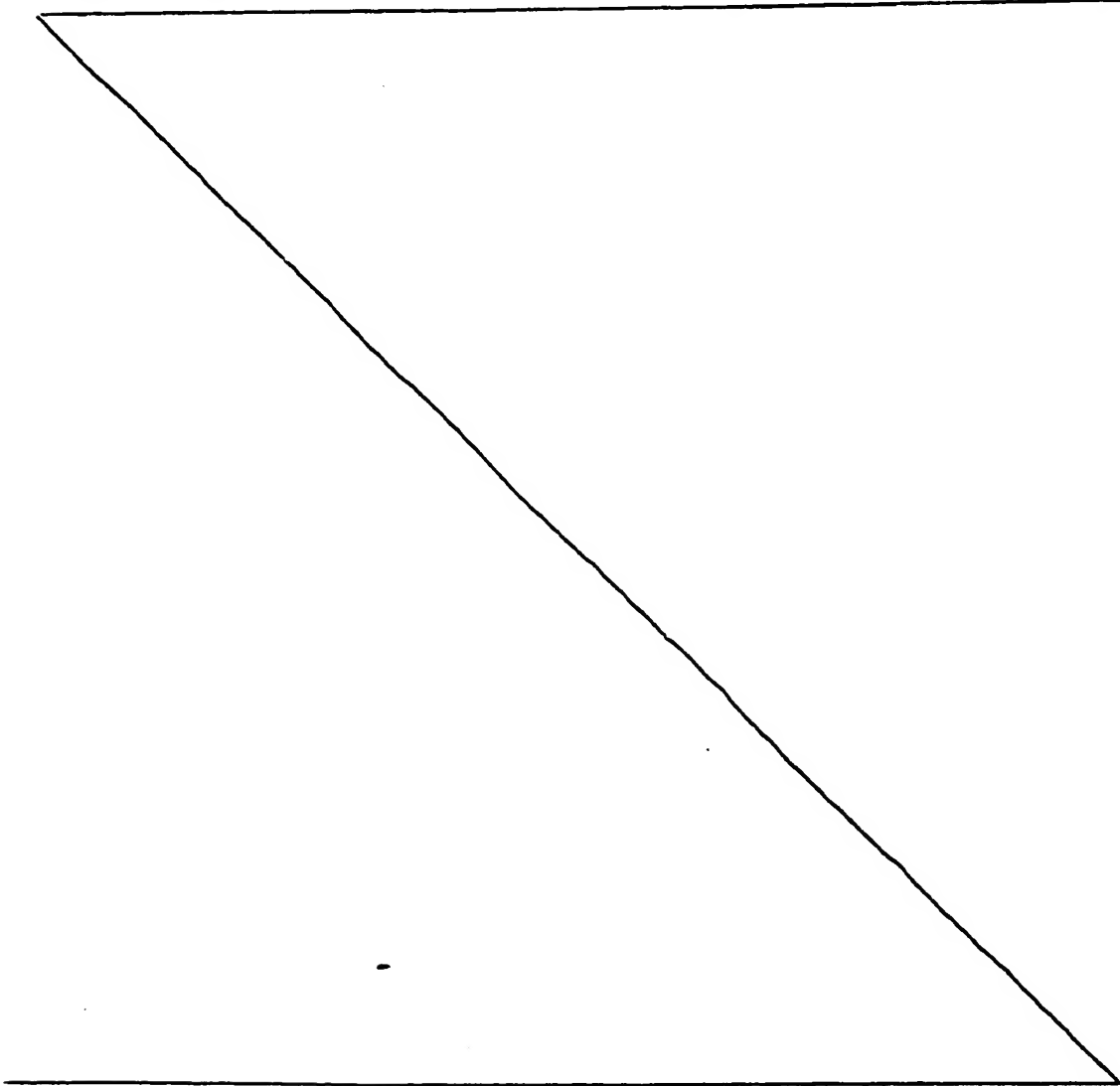
Comme alcools, on utilise l'alcool méthylique, l'alcool éthylique ou leurs mélanges. Ces alcools peuvent contenir une petite quantité d'autre alcool aliphatique inférieur ou d'agent dénaturant comme la méthyl éthyl cétone. On peut donc utiliser des alcools dénaturés, contenant en général jusqu'à 3 % d'agent dénaturant.

Les nouvelles compositions d'invention se présentent sous forme d'une émulsion stable du type eau dans l'huile, ayant une faible viscosité et un indice de cétane suffisant; elles peuvent donc être utilisées comme combustibles dans les moteurs Diesel ou pour le chauffage de chaudières. De plus, elles sont stables, de sorte qu'on évite la démixtion et le dépôt résultant d'eau dans le fond du réservoir; cette eau risquerait d'être pompée en premier lieu, ce qui aurait pour effet d'arrêter le moteur ou le brûleur. Par les termes "émulsion stable", on entend une émulsion qui, laissée au repos,

4

ne donne pratiquement pas lieu à une décantation pendant une période d'au moins 72 heures, mais pour laquelle on admet la formation d'un anneau de carburant, à savoir le gas-oil ou le fuel oil léger, pour autant que le carburant décanté ne représente pas plus de 3 % en volume de carburant présent dans l'émulsion.

La Demanderesse a maintenant trouvé que la stabilité des émulsions de l'invention dépendait de nombreux facteurs, comme notamment du type de carburant, du type et de la quantité d'émulgateur, du HLB de l'émulgateur (HLB = balance hydrophile-lipophile), des proportions respectives d'alcool et d'eau, du type d'alcool ainsi que du mode de préparation de l'émulsion. *A*



Dans le cas d'une utilisation de l'émulsion comme carburant de moteur Diesel, la quantité maximum de mélange alcool-eau dans cette émulsion est fixée par le souci de conserver un indice de cétane suffisant. Bien que l'on puisse utiliser des quantités de mélange alcool-eau pouvant atteindre 45 % en volume, dans le cas de fuel oil léger comme carburant, il n'est cependant pas conseillé dans ce cas d'en introduire plus de 40 % en volume. Par contre, dans le cas d'une utilisation comme combustible pour chaudière, on peut utiliser des compositions contenant 45 % en volume de mélange alcool-eau, le facteur limitatif étant ici le pouvoir calorifique. Quand l'émulsion de l'invention est préparée à partir de gas-oil, il est préférable d'utiliser la solution aqueuse d'alcool en une quantité ne dépassant pas 35 % en volume. D'autre part, pour des compositions contenant moins de 5 % en volume du mélange eau-alcool, l'économie en carburant est négligeable et de ce fait de telles compositions ne sont guère intéressantes.

La Demanderesse a également trouvé que l'émulsion formée est stable si le HLB du mélange émulateur est d'au moins 5 et ne dépasse pas environ 7, si le carburant est du fuel oil léger, ou ne dépasse pas environ 6,5, si le carburant est du gas-oil. Le type de mélange émulateur joue un grand rôle dans la stabilité de l'émulsion, et on a avantage à le choisir dans le groupe comprenant les systèmes constitués de monooléate de sorbitan et d'agent émulsifiant non ionique éthoxylé soluble dans l'eau. A titre d'exemples d'agent émulsifiant éthoxylé, on peut notamment citer le monooléate de sorbitan éthoxylé ayant de 14 à 40 moles d'oxyde d'éthylène; le monolaurate de sorbitan éthoxylé ayant de 11 à 40 moles d'oxyde d'éthylène; le monooléate de polyéthylène glycol de poids moléculaire compris entre 480 et 1200; le nonylphénol éthoxylé ayant de 8 à 50 moles d'oxyde d'éthylène; les alcools gras éthoxylés ayant de 6 à 50 moles d'oxyde d'éthylène.

Le choix de l'agent émulsifiant non-ionique, éthoxylé, dépend de plusieurs facteurs, tels que facilité d'approvisionnement, prix et efficacité. La stabilité de l'émulsion finale peut varier en fonction du type de carburant; c'est ainsi que les émulsions à base de gas-oil sont plus stables que celles à

*

base de fuel oil léger quand l'émulsifiant est un alcool gras éthoxylé.

Le HLB désiré est obtenu en faisant varier les quantités respectives de monoooléate de sorbitan et d'agent émulsifiant non ionique éthoxylé. Les différentes quantités à mettre en oeuvre pour obtenir le HLB désiré seront facilement déterminées par l'homme de l'art.

La stabilité de l'émulsion dépend également de la quantité du mélange émulateur. Cette quantité est d'au moins 3 % en volume, basé sur le volume de l'émulsion. Des quantités d'émulateur supérieures à 10 % en volume n'apportent pas d'amélioration significative de la stabilité de l'émulsion.

Un autre facteur influençant la stabilité de l'émulsion finale est la proportion relative d'eau dans la solution aqueuse d'alcool. Cette proportion dépend du type d'alcool utilisé (alcool méthylique ou alcool éthylique ou leurs mélanges) et aussi du carburant mis en émulsion. C'est ainsi que, dans le cas d'émulsions de fuel oil léger, le pourcentage en volume d'eau dans la solution aqueuse d'alcool doit être compris entre $45,7 + 0,229 S$ et $74,3, S$ étant le pourcentage en volume d'alcool éthylique calculé sur le volume total d'alcool. Dans le cas d'émulsions de gas-oil, le pourcentage en volume d'eau dans la solution aqueuse doit être compris entre $43 + 0,20 S$ et 74 , où S a la signification donnée ci-dessus. Des solution aqueuses d'alcool contenant des quantités d'eau en dehors de ces intervalles sont moins aptes à donner des émulsions stables.

D'autre part, la Demanderesse a également trouvé, d'une manière inattendue, que le mode de préparation de l'émulsion a une influence prépondérante sur la stabilité de celle-ci.

Le procédé de préparation de l'émulsion de la présente invention consiste à préparer tout d'abord dans un récipient approprié un mélange de carburant et d'émulateur, à préparer ensuite dans un autre récipient le mélange alcool-eau et à ajouter le mélange alcool-eau dans le mélange carburant-émulateur, tout en agitant à l'aide d'un agitateur usuel. D'autres procédés de préparation conduisent soit à la formation d'émulsions instables, comme par exemple si l'on ajoute le mélange carburant-émulateur au mélange alcool-eau, soit à la nécessité de devoir

A

utiliser des agitateurs à haute énergie pour obtenir une émulsion stable, comme par exemple si l'on ajoute séparément l'eau et l'alcool au mélange carburant-émulgateur.

L'utilisation de tels agitateurs est très délicate, car la température augmente fortement lors du mélange, ce qui peut influencer la stabilité de l'émulsion, mais également causer l'évaporation d'une partie de l'alcool.

Les exemples suivants sont donnés afin d'illustrer la présente invention, mais sans pour autant en limiter la portée.

Exemple 1

On a utilisé différents émulseurs dont les compositions et les HLB sont données ci-après.

On a préparé différentes émulsions en mélangeant dans un récipient 61 cc de fuel oil et 4 cc d'un de ces différents émulseurs. D'autre part, on a préparé un mélange contenant 15 cc de méthanol et 20 cc d'eau.

On a ensuite introduit tout en agitant, le mélange méthanol-eau dans le mélange fuel oil léger-émulseur. On a testé les différentes émulsions obtenues du point de vue stabilité.

Les mélanges d'émulseurs utilisés étaient les suivants :

A : Monoaléate de sorbitan - monoaléate de sorbitan éthoxylé

(20 moles d'oxyde d'éthylène)

B : Monoaléate de sorbitan - monoaléate ^{de sorbitan} éthoxylé

(20 moles d'oxyde d'éthylène)

C : Monoaléate de sorbitan - monoaléate de polyéthylène glycol (P.M. 600)

D : Monoaléate de sorbitan - nonylphénol éthoxylé (15 moles d'oxyde d'éthylène).

Les différents HLB ont été obtenus en faisant varier la quantité d'émulsifiant non ionique éthoxylé soluble dans l'eau.

Les résultats sont indiqués au Tableau 1.

La stabilité a été mesurée 96 heures après avoir préparé l'émulsion.

*

TABLEAU 1

Emulgateurs	Indice HLB								
	4,3	5	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5
A	+	++	++	++	++	++	+	-	-
B	+	++	++	++	++	++	+	-	-
C	+	++	++	++	++	++	+	-	-
D	+	++	++	++	++	++	+	-	-

++ : stable

+ : démixtion partielle

- : démixtion totale.

A titre de comparaison, on a testé les mélanges d'émulgateurs suivants dans les mêmes conditions :

X : Monooléate de polyéthylène glycol (P.M. 200) - Monooléate de polyéthylène glycol (P.M. 600)

Y : Alcool gras éthoxylé (2 moles d'oxyde d'éthylène) - Alcool gras éthoxylé (5 moles d'oxyde d'éthylène).

Avec aucun de ces émulgateurs on n'est parvenu à obtenir une émulsion stable, quel que soit le HLB.

Exemple 2

On a préparé selon la méthode décrite dans l'exemple 1 plusieurs émulsions ayant des teneurs différentes en émulgateurs. On a testé ces émulsions du point de vue stabilité, dans une gamme restreinte de HLB comprise entre 5 et 7.

Le volume total de chaque émulsion était de 100 et chacune d'elle contenait 15 cc de méthanol et 20 cc d'eau. Le volume d'émulgateur variait entre 1 et 10 cc et le volume de fuel oil léger variait entre 55 et 64 cc.

L'émulsion, préparée avec l'émulgateur A décrit à l'exemple 1, avait les propriétés suivantes indiquées au Tableau 2.

[Signature]

TABEAU 2

HLB	Mélange émulateur (% en volume)							
	1 %	2 %	3 %	4 %	5 %	6 %	8 %	10 %
5	-	-	++	++	++	++	++	++
5,5	-	-	++	++	++	++	++	++
6	-	-	++	++	++	++	++	++
6,5	-	-	++	++	++	++	++	++
7	-	-	++	++	++	++	++	++

(++ : stable après 96 heures; - : démixtion)

Les émulsions préparées avec les émulateurs B et C décrits à l'exemple 1 présentent les mêmes caractéristiques.

Exemple 3

On a préparé une émulsion de fuel oil léger-méthanol-eau en mélangeant d'abord dans un récipient 6l cc de fuel léger et 4 cc du mélange émulateur monooléate de sorbitan - monooléate de sorbitan éthoxylé (20 moles d'oxyde d'éthylène).

Dans un autre récipient, on a mélangé 15 cc de méthanol et 20 cc d'eau. On a ensuite versé ce dernier mélange, tout en agitant avec un agitateur usuel, dans le récipient contenant le mélange fuel léger-émulateur, pour former une émulsion dont l'émulateur a un HLB de 6. Cette émulsion était toujours stable après 96 heures.

La même émulsion, placée dans une enceinte frigorifique à -20°C, était également stable après 96 heures.

A titre de comparaison, on a préparé l'émulsion décrite ci-dessus en ajoutant, tout en agitant avec le même agitateur, successivement le méthanol et l'eau au mélange fuel léger-émulateur. Après 48 heures, on observait une démixtion partielle et après 72 heures une démixtion totale.

[Signature]

Cependant, on est parvenu à obtenir une émulsion stable en ajoutant successivement le méthanol et l'eau, mais en utilisant un agitateur à haute énergie du type ultraturax, mais en limitant l'accroissement de température lors du mélange, par arrêt de l'agitation dès que l'émulsion commence à se former.

On a également préparé l'émulsion décrite ci-dessus en ajoutant le mélange fuel léger-émulgateur au mélange méthanol-eau. Moins de 24 heures après, on observait une démixtion totale.

Exemple 4

On a testé la stabilité de différentes émulsions ayant des volumes variables en méthanol et en eau, pour un même volume total du mélange méthanol-eau. Le HLB de l'émulgateur était 6 (émulgateur A de l'exemple 1).

Les volumes des différents composants des émulsions ainsi que leur stabilité sont indiqués dans le Tableau 3. Les volumes sont exprimés en cc.

TABLEAU 3

Fuel oil léger	61	61	61	61	61	61	61	61	57
Emulgateur	4	4	4	4	4	4	4	4	8
Méthanol	7	8	9	16	17	18	19	20	20
Eau	28	27	26	19	18	17	16	15	15
Stabilité	-	-	++	++	++	++	++	-	-

(++ : stable après 96 heures; - : démixtion)

Exemple 5

On a préparé des émulsions selon la méthode décrite dans l'exemple 1, mais en utilisant différentes proportions de fuel oil léger et de mélange méthanol-eau. La quantité d'eau dans le mélange méthanol-eau était de 57,1 % en volume.

La stabilité de ces émulsions a été testée et les résultats sont indiqués au Tableau 4.

TABLEAU 4.

Fuel oil léger (% en volume)	91	81	71	51
Emulgateur A décrit dans l'exemple 1 (% en volume)	4	4	4	4
Mélange méthanol/eau (% en volume)	5	15	25	45
HLB	6	6	6	6
Stabilité	++	++	++	++

(++ : stable après 96 heures)

[Signature]

Exemple 6

On a préparé les émulsions suivantes en mélangeant dans un récipient pour chaque émulsion 61 cc de fuel oil léger et 4 cc d'un des différents systèmes d'émulgateurs couvrant chacun une gamme de HLB allant de 4,3 à 8,5.

On a ensuite introduit, tout en agitant, un mélange de 10 cc d'éthanol et 25 cc d'eau dans chaque mélange fuel léger-émulgateur. On a testé les différentes émulsions obtenues du point de vue stabilité.

Les mélanges d'émulgateurs utilisés sont les mélanges A à D décrits dans l'exemple 1.

Les résultats obtenus sont indiqués dans le Tableau 5.

La stabilité a été mesurée 96 heures après avoir préparé l'émulsion.

TABEAU 5

Emulgateur	HLB								
	4,3	5	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5
A	-	++	++	++	++	++	-	-	-
B	-	++	++	++	++	++	-	-	-
C	-	++	++	++	++	++	-	-	-
D	-	++	++	++	++	++	-	-	-

(xx : stable après 96 heures; - : démixtion.

A titre de comparaison, on a préparé des émulsions avec les mélanges d'émulgateurs X et Y.

Aucune émulsion stable n'a pu être obtenue.

Exemple 7

On a préparé selon la méthode décrite dans l'exemple 6 plusieurs émulsions ayant des teneurs différentes en émulgateurs. On a testé ces émulsions du point de vue stabilité, dans une gamme restreinte de HLB comprise entre 5 et 7.

Le volume total de chaque émulsion était de 100 cc et chacune d'elles contenait 25 cc d'eau et 10 cc d'éthanol. Le volume d'émulgateur variait entre 1

4

et 10 cc et le volume léger variait entre 55 et 64 cc.

L'émulsion, préparée avec l'émulgateur A décrit dans l'exemple, avait les propriétés suivantes indiquées dans le Tableau 6.

TABLEAU 6

HLB	Emulgateur (% vol)							
	1	2	3	4	5	6	8	10
15,0	-	-	++	++	++	++	++	++
15,5	-	-	++	++	++	++	++	++
16	-	-	++	++	++	++	++	++
17	-	-	++	++	++	++	++	++

(++ : stable après 96 heures; - : démixtion)

Exemple 8

On a préparé des émulsions selon la méthode décrite à l'exemple 6, mais en utilisant différentes proportions de fuel oil léger et de mélange éthanol-eau.

La quantité d'eau dans le mélange éthanol-eau était de 71,4 % en volume.

La stabilité de ces émulsions a été testée et les résultats sont indiqués au Tableau 7.

TABLEAU 7

Fuel oil léger	91	91	71	51
Emulgateur A décrit dans l'exemple 1 (HLB=7)	4	4	4	4
Mélange éthanol-eau	5	15	25	45
Stabilité	++	++	++	++

(xx : stable après 96 heures.)

Exemple 9

On a testé la stabilité de différentes émulsions préparées avec des mélanges ternaires méthanol-éthanol-eau.

Les volumes des différents composants des émulsions ainsi que

Handwritten mark

la stabilité de ces dernières sont indiqués dans le Tableau 8. Les volumes sont exprimés en cc.

TABLEAU 8

Essai	1	2	3	4	5	6	7	8
Fuel léger	61	61	61	61	61	61	61	61
Emulgateur A décrit dans l'exemple 1 (HLB = 7)	4	4	4	4	4	4	4	4
Méthanol	16,6	14,0	14,0	10,5	7	1,75	1,75	3,5
Ethanol	0,9	1,75	3,5	1,75	3,5	7	8,75	10,5
Eau	17,5	19,25	17,5	22,75	24,5	26,25	24,5	21
Stabilité	++	++	-	++	++	++	++	-

(xx : stable après 96 heures; - : démixtion)

Si on applique l'équation de détermination de la quantité d'eau nécessaire pour former une émulsion stable, aux essais 3 et 8 on remarque que la quantité d'eau utilisée n'est pas suffisante. En effet, pour l'essai 3, la quantité d'eau était de 50 % alors qu'elle aurait dû être comprise entre

$$45,7 + 0,229 \times 20 \text{ et } 74,3 \text{ soit entre } 50,28 \text{ et } 74,3$$

Pour l'essai 8, cette quantité était de 60 % alors qu'elle aurait dû être comprise entre

$$45,7 + 0,229 \times 75 \text{ et } 74,3 \text{ soit entre } 62,875 \text{ et } 74,3.$$

Exemple 10

On a préparé différentes émulsions. Pour chacune d'elles, on a mélangé dans un récipient 64 parties en volume de gas-oil et 4 parties en volume d'un des mélanges émulseurs ci-après. D'autre part, on a préparé un mélange contenant 16 cc de méthanol et 16 cc d'eau. On a ensuite introduit, tout en agitant, le mélange méthanol-eau dans le mélange gasoil-émulseur. On a testé les différentes émulsions obtenues du point de vue stabilité.

Les mélanges d'émulseurs utilisés étaient les suivants :

A : Monooléate de sorbitan - monooléate de sorbitan éthoxylé (20 moles d'oxyde d'éthylène).

*

B : Monooléate de sorbitan - monolaurate de sorbitan éthoxylé (20 moles d'oxyde d'éthylène).

C : Monooléate de sorbitan - monooléate de polyéthylène glycol (P.M. 600).

D : Monooléate de sorbitan - nonylphénol éthoxylé (15 moles oxyde d'éthylène).

E : Monooléate de sorbitan - alcool gras éthoxylé (9 moles d'oxyde d'éthylène).

Les HLB de ces émulseurs sont donnés dans le tableau ci-après.
Ces différents HLB ont été obtenus en faisant varier la quantité d'émulsifiant non ionique éthoxylé soluble dans l'eau.

Les résultats obtenus sont indiqués dans le Tableau 9.

La stabilité a été mesurée 96 heures après avoir préparé l'émulsion.

TABLEAU 9

Emulseur	Indice HLB								
	5	5,5	6	6,5	7	8	10	12	15
A	++	++	++	++	+	-	-	-	-
B	++	++	++	++	+	-	-	-	-
C	++	++	++	++	+	-	-	-	-
D	++	++	++	++	+	-	-	-	-
E	++	++	++	++	+	-	-	-	-

(++ : stable; + : démixtion partielle; - : démixtion totale)

A titre de comparaison, on a testé les mélanges d'émulseurs suivants dans les mêmes conditions :

F : Monooléate de sorbitan - monooléate de polyéthylène glycol (P.M. 300)
(insoluble dans l'eau).

G : Monooléate de sorbitan - nonylphénoléthoxylé (4 moles oxyde éthylène)
(insoluble dans l'eau).

H : Monooléate de sorbitan - alcool gras éthoxylé (3 moles oxyde d'éthylène)
(insoluble dans l'eau).

I : Monolaurate de sorbitan - monolaurate de sorbitan éthoxylé (20 moles oxyde d'éthylène) (soluble dans l'eau).

J : Monooléate de polyéthylène glycol (P.M. 200) - monooléate de polyéthylène

glycol (P.M. 550) (soluble dans l'eau).

K : Nonylphénol éthoxylé (4 moles oxyde d'éthylène) - nonylphénol éthoxylé (15 moles oxyde d'éthylène).

L : Alcool gras éthoxylé (3 moles oxyde d'éthylène) - alcool gras éthoxylé (9 moles oxyde d'éthylène).

Avec aucun de ces émulseurs, on n'est parvenu à obtenir une émulsion stable, quel que soit le HLB.

Exemple 11

On a préparé une émulsion contenant 64 % en volume de gasoil, 4 % en volume de l'émulseur A décrit dans l'exemple 1, 16 % en volume de méthanol et 16 % en volume d'eau.

L'indice de cétane de cette émulsion était de 26.

Cette émulsion a été testée dans un moteur Diesel au cours d'un essai sur route sur un parcours de 80 km. La consommation en émulsion était de 48,3 litres soit une consommation de gas-oil de 30,9 litres. On a effectué le même parcours mais en alimentant le moteur Diesel avec du gas-oil seul. La consommation était dans ce cas de 39,3 litres.

Exemple 12

On a préparé des émulsions ayant des teneurs différentes en émulseur. On a testé ces émulsions du point de vue stabilité, dans une gamme restreinte de HLB comprise entre 5,5 et 6,5.

Le volume total de chaque émulsion était de 100 cc et chacune d'elles contenait 22,5 cc d'eau et 12,5 cc d'éthanol. Le volume d'émulseur variait entre 1 et 10 cc et le volume de gasoil variait entre 55 et 64 cc.

Les émulsions préparées avec l'émulseur A décrit dans l'exemple 1, avaient les propriétés suivantes indiquées dans le Tableau 10.

TABLEAU 10

HLB	Mélange émulseur (% en volume)							
	1	2	3	4	5	6	8	10
5,5	-	-	++	++	++	++	++	++
6	-	-	++	++	++	++	++	++
6,5	-	-	++	++	++	++	++	++

(++ : stable après 96 heures; - : démixtion)

..

RE V E N D I C A T I O N S

- 1) Compositions combustibles à base de carburant pour moteur Diesel et consistant en une émulsion du type eau dans l'huile, caractérisées en ce qu'elles comprennent, en volume, de 97 à 90 % d'un mélange d'une majeure partie de carburant usuel, choisi dans le groupe comprenant le gas-oil et le fuel oil léger, avec une quantité non supérieure et d'au moins 5 %, basé sur le volume d'émulsion, d'une solution aqueuse d'alcool, choisi dans le groupe comprenant l'alcool méthylique, l'alcool éthylique et leurs mélanges, et réciproquement de 3 à 10 % d'émulgateur consistant en un mélange de monooléate de sorbitan et d'émulsifiant non ionique éthoxylé, soluble dans l'eau.
- 2) Compositions selon revendication 1, caractérisées en ce que l'émulsifiant non ionique éthoxylé soluble dans l'eau est choisi dans le groupe comprenant le monooléate de sorbitan éthoxylé ayant de 14 à 40 moles d'oxyde d'éthylène, le monolaurate de sorbitan éthoxylé ayant de 11 à 40 moles d'oxyde d'éthylène, le monooléate de polyéthylène glycol ayant un poids moléculaire compris entre 480 et 1200, le nonylphénol éthoxylé ayant de 8 à 50 moles d'oxyde d'éthylène, un alcool gras éthoxylé ayant de 6 à 50 moles d'oxyde d'éthylène.
- 3) Compositions selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles comprennent de 55 à 92 % en volume de gas-oil, de 5 à 35 % en volume de solution aqueuse d'alcool, le pourcentage en volume d'eau dans cette solution aqueuse étant compris entre $43 + 0,20 S$ et 74, où S est le pourcentage en volume d'alcool éthylique basé sur le volume total d'alcool, et de 3 à 10 % en volume d'émulgateur ayant un HLB compris entre 5 et 6,5.
- 4) Compositions selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles comprennent de 45 à 92 % de fuel léger, de 5 à 45 % en volume de solution aqueuse d'alcool, le pourcentage en volume d'eau dans cette solution aqueuse étant compris entre $45,7 + 0,229 S$ et 74,3, où S est le pourcentage en volume d'alcool éthylique basé sur le volume total d'alcool, et de 3 à 10 % en volume d'émulgateur ayant un HLB compris entre 5 et 7.
- 5) Procédé de préparation d'une composition de combustible pour moteur Diesel ou

✱

.. ..
pour chaudière selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en
ce que l'on introduit tout en agitant avec un agitateur usuel le mélange
alcool-eau dans le mélange carburant-émulgateur.

Bruxelles, le 7 novembre 1980

Par procuration de la société dite LABOFINA S.A.

A just en intelligence page 7



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)